

JP 48-006925

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI
(c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

000936728

WPI Acc No: 1973-13954U/197310

Reinforcing polished glass articles - by removing blemishes with hydrofluoric acid

Patent Assignee: ASAHI GLASS CO LTD (ASAG)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 73006925	B				197310	B

Priority Applications (No Type Date): JP 6656944 A 19660831

Abstract (Basic): JP 73006925 B

Process comprises treating the ground surface of a glass article which is obtd. by a conventional glass grinding process with HF or with a similar corrosive soln. such as HF-H₂O, HF-H₂SO₄ (or HCl, HNO₃, CH₃-COOH) - H₂O; NH₄F-H₂SO₄-H₂O to remove from its surface a layer of thickness 10-50 microns, in which exist flaws, cracks and irregularities and subsequently subjecting the glass article thus treated to a polishing treatment by use of a polishing agent such as Fe₂O₃, cerium oxide or zirconium oxide. In modification, the polished glass article thus treated is immersed in a molten salt bath to replace ions (Na⁺) which exist in the surface layer with ions of the molten salt bath (such as K⁺) to afford compressed strain to the polished glass article.

Title Terms: REINFORCED; POLISH; GLASS; ARTICLE; REMOVE; BLEMISH;
HYDROFLUORIC; ACID

Derwent Class: L01; Q19

International Patent Class (Additional): B60V-000/00; C03B-000/00;
C03C-000/00

File Segment: CPI; EngPI

Manual Codes (CPI/A-N): L01-G03; L01-G05

?

⑤Int.C1.

⑥日本分類

C 03 b

21 B 7

C 03 c

21 B 3

B 60 v

74 K 297

⑩日本国特許庁

⑪特許出願公告

昭48-6925

特許公報

⑫公告 昭和48年(1973)3月1日

発明の数 2

(全4頁)

1

2

⑨研磨ガラス製品の強度増大方法

強度が著しく低い。

⑩特 願 昭41-56944

かかるガラス表面のキズを除去するため、弾酸又はこれと同効の腐蝕性溶液でガラス表面層を溶出除去せしめると強度が著しく増大すること
5 が知られているが、この方法を研磨仕上されたガラス製品に応用すると、第2図に示す如く、腐蝕処理後のガラス表面Eにはキズ2を中心に侵蝕が活潑に行なわれる結果、多数の侵蝕孔3が生じ、最終的に得られる表面はすり硝子状になってしま

⑪出 願 昭41(1966)8月31日

う。即ちこのような方法ではガラス表面の光学的特性が極度に劣化し、精密研磨又は光学的研磨さ

審 判 昭45-5530

れたガラス製品を得ることは不可能である。

⑫発明者 原守久

本発明は、前述の如く、強度的に難点を有する、研磨されたガラス製品の強度を増大せしめて、表面の光学的品質の秀れ且つ機械的強度の秀れたガラス製品を得るための新規な提案である。

東京都大田区田園調布3の29の3

即ち本発明は、ガラス製品の研磨工程に於いて、荒摺工程で得られたガラス表面を弾酸又はこれと同効の腐蝕性溶液で処理してキズの多い表面層を20除去し、次いで該ガラス表面を艶出し工程に於いて艶出し仕上げを行なうことを特徴とするものである。

⑬出願人 旭硝子株式会社

このような研磨工程を行なうことによつて、第3図に示す如く、荒摺工程で得られたガラス表面Gに存在する多数のキズ2は、腐蝕処理を経てキズの多い表面層を除去することにより侵蝕孔3を有する腐蝕面E'に於いては実質的に除かれ、更に艶出し工程を経た後の表面P'では前記侵蝕孔3が除かれ、最終的にはキズ2、侵蝕3の存在しない光学的品質の秀れた且つ機械的強度の秀れたガラス表面が得られる。

東京都千代田区丸の内2の1の2

本発明に係る研磨工程を経たガラス製品の機械的強度例えは曲げ強度或は衝撃強度は、通常の研磨工程を経たガラス製品に比して約2~3倍の値35を示す。これは通常の研磨工程を経たガラス板を風冷強化した場合の強度には相当する。従つて、通常は本発明の研磨工程を経ただけで实用上問題

⑭代理人 弁理士 元橋賢治

図面の簡単な説明

第1図は荒摺工程の後艶出し工程を行なつて得られたガラス表面の状態を説明する図。第2図は荒摺工程、艶出し工程を経た後に腐蝕工程を行なつて得られたガラス表面の状態を説明する図。第3図は荒摺工程の後に腐蝕工程を行ない更に艶出し工程を行なつて得られたガラス表面の状態を説明する図。

発明の詳細な説明

本発明はガラスの強度増大方法更に詳しくは研磨されて表面を平滑されたガラス製品の強度を増大せしめる方法に関する。

ガラスの強度は表面に存在するキズによって支配される。特に表面を研磨されたガラス製品に於いては、その表面には荒摺工程(grinding)で発生した多数の凹凸及び多数の深いキズが存在し、これらは艶出し工程(Polishing)で完全に除かれないと。この状態を第1図について説明すれば、荒摺工程で得られたガラス表面(荒摺表面)Gには、多数の凹凸1及び多数の深いキズ2が存在している。これらのうち特に深いキズ2は艶出し工程を経て得られたガラス表面(艶出し表面)Pに於いても殆ど除去されずに残存する。従つて研磨されたガラス製品は、フアイヤ・ボリッショウされて成形されたままのガラス製品に比較して、一般にその

(2)

特公 昭48-6925

3

はない場合が多いが、更に強度の増大したガラス製品が必要とされるときには、一般的風冷強化特急冷法による強化処理或はイオン交換強化（化学強化）処理を前記研磨工程を経たガラス製品に与え表面層に圧縮応力を生成せしめ機械的強度の大 幅な増大を計ることができる。この場合レンズ、時計ガラス等の比較的小さい或は複雑な形状のガラス製品に対して前記強化処理を行なう際には、イオン交換強化処理を行なうのが適当である。

本発明に係る研磨工程は、荒摺工程、腐蝕処理工程、及び艶出工程の順序で実施される。

荒摺工程に於いては、一般的の場合と同様に、珪砂、カーボランダム、金剛砂等の研磨砂を用いて或は砥石摺りによつて所定の曲面、平面、角度又は形状等のガラス面を形成する。この工程に於いては一般に仕上げのため次いでより細かい研磨砂によつて更に研磨を行なうが、この際艶出研磨剤により艶出を行なつて寸法精度を高めてもよい。尚、この荒摺工程では、寸法を正確にするため次の腐蝕工程に於ける厚味減少量を予め考慮して荒摺りを適当に調整する必要がある。

腐蝕処理工程に於いては、荒摺工程を経たガラス表面を弗酸又はこれと同効の腐蝕性溶液で処理してキズの多い表面層を例えば $10 \sim 50 \mu$ 程度取り除く。腐蝕性溶液としては、HF-H₂O系、HF-H₂SO₄（又はHCl, HNO₃, CH₃COOH）-H₂O系、NH₄F-H₂SO₄-H₂O系等の各種溶液が用いられ、その組成に関しては特に限定はないが、本発明の実施の一例に於いて $3 \sim 10\%$ 程度の弗酸及び硫酸を含む水溶液は特に有効なもので、腐蝕処理の際ガラス表面を均一に腐蝕することができる。

艶出工程に於いては、最も細かい等級の砂一般にはベンガラ(Fe₂O₃)、酸化セリウム、酸化ジルコニウム等の研磨剤によつてガラス表面を研磨して平滑透明且つ精密な曲面、平面及び角度などに仕上げていわゆる艶出面を形成する。この艶出仕上の際艶出研磨剤と共に腐蝕性溶液を添加して艶出を行なうこともでき、又艶出工程の一部を腐蝕溶液処理工程と重複せしめることもできる。

以上の如くして得られた研磨面を有するガラス製品の機械的強度を更に向上せしめるため、本発明の好ましい実施の態様として、本発明に係る研磨工程を経たガラス製品に対してイオン交換強化

4

処理を与える。本発明に於いて適用されるイオン交換強化処理としては一般に下記の如き態様が実施される。即ち、

(1) ガラスの歪温度以上軟化温度以下の温度に於いて、ガラス中にあるイオン（例えばNa⁺, K⁺）をそれより小さなイオン半径のイオン（例えばLi⁺, H⁺）を含む溶融塩と接触せしめ、ガラス中のイオンを溶融塩中のより小さいイオン半径のイオンで置換する。

(2) ガラスの歪温度以下の温度（例えば約400℃）でガラス中にイオン（例えばLi⁺, Na⁺）をそれよりも大きなイオン半径のイオン（例えばNa⁺, K⁺）を含む溶融塩と接触せしめて、ガラス中のイオンを溶融塩中のより大きなイオン半径のイオンで置換する。

(3) 歪温度以上軟化温度以下の温度（例えば500℃）で、一旦ガラス中のイオン（例えばNa⁺）をそれよりイオン半径の小さなイオン（例えばLi⁺, H⁺）で置換した後、歪温度以下でガラス中に置換含有されたイオンをより大きなイオン半径のイオン（例えばNa⁺, K⁺）で再び置換する。

本発明に於いて、(1)の方法では比較的大きな強度が得られない難点があるので、一般には(2)又は(3)の方法の適用が望ましく、本発明の実施の一例に於いて、Na⁺を含む本発明研磨工程処理ガラスを(2)又は(3)の方法によつてNa⁺をK⁺で置換することによつて、表面から $30 \sim 200 \mu$ 程度の層に圧縮応力を及ぼし、ガラスの破壊強度を約20～4倍程度増大せしめることができた。

次に本発明の実施例を説明する。

実施例 1

SiO ₂	70.9 %	Na ₂ O	14.1 %
Al ₂ O ₃	1.44	Fe ₂ O ₃	0.09
MgO	2.00	TiO ₂	0.04
CaO	11.03	SO ₃ O ₃	0.31
As ₂ O ₃			0.06

40 で示される普通板ガラス組成の一例のガラス板サンプルを準備する。ガラスサンプルを下記A, B, C, D, の研磨工程で研磨し、 $10 \times 10 \text{ cm}$ 、厚さ3mmの4種の透明、平滑な研磨ガラスサンプルを作製し、強度試験を行なつた。

(3)

特公 昭48-6925

5

- A. 通常の磨板ガラスの製造工程に従つて、荒摺工程で珪砂研磨剤として荒摺りし、次いで艶出工程で酸化セリウムで艶出し研磨を行なう。
- B. 荒摺工程では、Aの場合と同様にして荒摺りを行なつた後、HF 4%、H₂SO₄ 4%の腐蝕性水溶液中に5分間浸漬した後、艶出工程で、Aの場合と同様にして酸化セリウムを研磨剤として表面が平滑になるまで艶出し研磨を行なう。
- C. 前記Bの方法に於いて、腐蝕処理を20分間行なう。
- D. 前記Bの方法に於いて、腐蝕処理を60分間行なう。
- 強度試験として、3点荷重法による曲げ強度試験及び130g鋼球の落下によつて破壊する高さを測定する衝撃強度試験を行なつた。結果は下表の通りである。

試 料 (10×10cm、 厚さ3mm)	曲げ強度 (kg/mm)	衝撃強度 (cm)
A	5.5	24
B	12	37
C	15	43
D	15.5	44

従来の磨板ガラス或は研磨ガラス製品に相当する通常の研磨工程を経たガラス試料Aに比較して、本発明の研磨工程を経たガラス試料では、強度に於いて約2~3倍の増大が認められた。又、表面の平滑性透明性等光学的品質に於いても本発明研磨工程を経たガラス試料は、従来の研磨ガラス製品に比較して遜色はなかつた。

実施例 2

本例に於いては、実施例1で用意された研磨ガ

6

ラス試料に対して更にイオン交換強化処理を行なつた。

イオン交換強化処理は、溶融KNO₃浴中にガラス試料を460℃で70時間浸漬し、ガラス中のNa⁺を浴中のK⁺と置換せしめた。

実施例1のAの研磨工程を経たガラス試料に本例によるイオン交換強化処理を行なつて得た試料をEとし、実施例1のBの研磨工程を経たガラス試料に本例によるイオン交換強化処理を行なつて得た試料をFとして、実施例1と同様な強度試験を行なつた。結果は下記の通りである。

試料	曲げ強度 (kg/mm)	衝撃強度 (mm)
E	32	120
F	48	205

⑤特許請求の範囲

- 1 ガラス製品の研磨工程に於いて、荒摺工程で得られたガラス表面をフッ酸又はこれと同効の腐蝕性溶液で処理してキズの多い表面層を除去し、次いで該ガラス表面を艶出工程に於いて艶出し仕上げを行なうことを特徴とする研磨ガラス製品の強度を増大せしめる方法。
- 2 前記第1項目の方法で得られた研磨ガラス製品を、溶融塩に浸漬して該研磨ガラス製品の表面層のイオンを溶融塩中のイオンとイオン交換せしめて表面層に圧縮力を及ぼすことを特徴とする研磨ガラス製品の強度を増大せしめる方法。

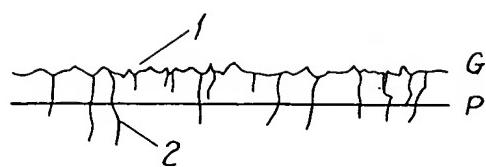
⑥引用文献

特 公 昭37-10170
ベルギー特許 648331

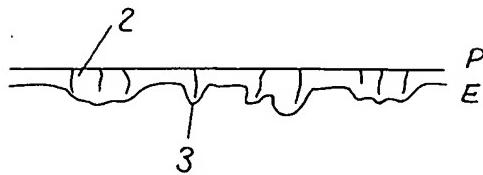
(4)

特公 昭48-6925

第1図



第2図



第3図

